

ЛАЗЕРНИЙ СИНТЕЗ НОВИХ МОДИФІКАЦІЙ НІТРИДУ БОРУ В СЕРЕДОВИЩІ ГЕЛІЮ

**к.х.н. Щур Д.В.¹, к.т.н. Смоляр А.С.¹, Блощаневич О.М.¹, к.т.н. Бурхан А.О.¹,
Хоменко Б.С.², к.ф.-м.н. Тітенко А.М.**

¹ Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, вул. Кржижановського, 3, 03680, МСП, Київ, Україна

² Інститут загальної та неорганічної хімії ім. В. І. Вернадського НАН України, просп. Акад. Палладіна, 32/34, 03680, МСП, Київ-142, Україна

³ Інститут магнетизму НАН та МОН України, бульв. Акад. Вернадського, 36 б, 03142 Київ, Україна
E-mail: titenko@imag.kiev.ua

В роботі представлені результати експериментів по отриманню фуллеритоподібного нітриду бору з графітоподібного нітриду бору при його лазерній обробці.

Зразки графітоподібного нітриду бору α -BN були представлені для експериментів у вигляді зпресованих брикетів діаметром 12 мм. Лазерну обробку матеріалів проводили в спеціальній вакуумній камері в середовищі гелію з прокачкою газу під тиском $P=2,5$ атм. Лазерну обробку матеріалів проводили в імпульсно-періодичному режимі з частотою послідовності імпульсів $f = 1-20$ Гц. Довжина хвилі лазерного випромінювання $\lambda = 1,06$ мкм.

Енергія випромінювання W_H знаходилась в діапазоні 0,7-0,8 Дж. Довжина імпульсу випромінювання була постійною: $\tau = 0,12 \times 10^{-3}$ с. Поверхневу обробку контролювали за допомогою оптичної системи СОК-1. На поверхні зразків формуються кратери розміром $\sim 0,15$ см, та глибиною $\sim 0,1 - 0,5$ см. Склад продуктів обробки вивчали попередньо на бінокулярному мікроскопі МБС-10, структуру визначали рентгенографічним методом на приладі ДРОН-3М в мідному випромінюванні в межах кутів $2\theta = 3^\circ - 100^\circ$.

1. Вихідний α -BN.

В середовищі гелію були проведені експерименти з графітоподібним гексагональним нітридом бору (α -BN), що отриманий (Туреччина) хімічним лабораторним методом (рис.1. і 2, №8019 біл.).

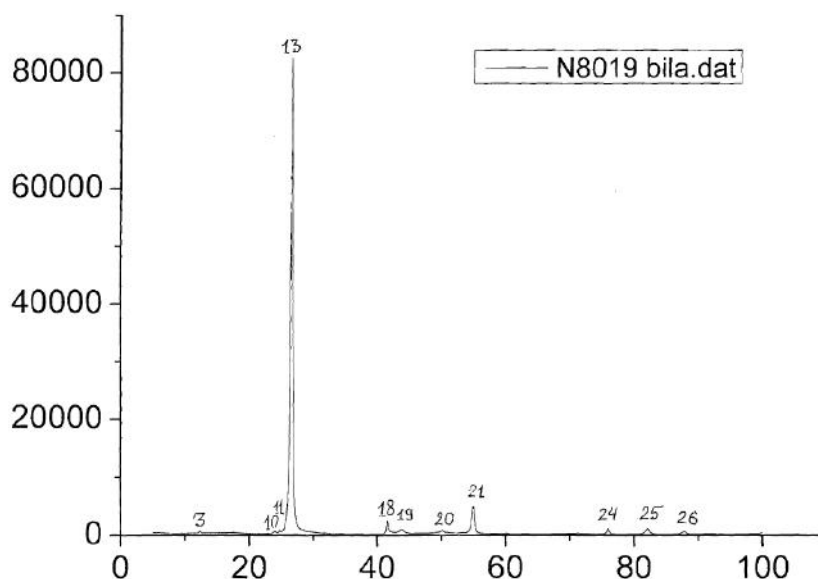


Рис.1. Рентгенограма вихідного α -BN (зразок №8019 біл.), Си Ка.

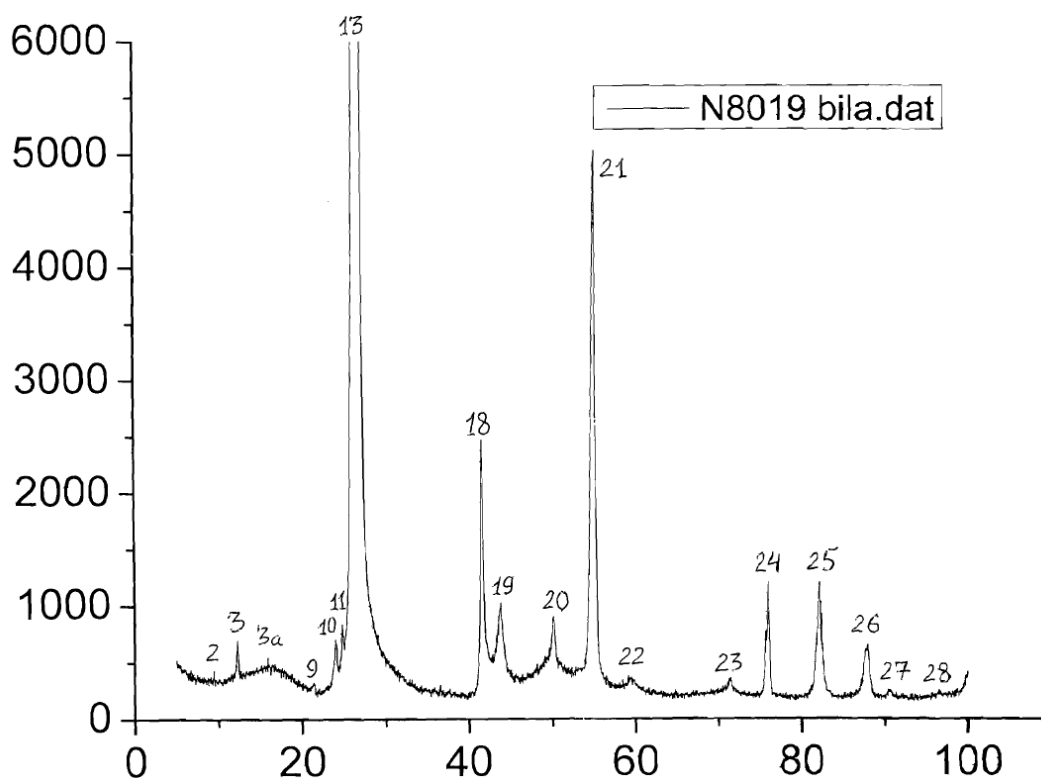


Рис. 2. Рентгенограма зразка №8019біл. (збільшення рисунку 1), $\text{Cu K}\alpha$.

Слід відмітити, що при представленні рентгенограми зі збільшенням (рис.2) в вихідному гексагональному нітриді бору крім α -BN (лінії 13, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28 з $d=3,3411, 2,1709, 2,0668, 1,8200, 1,6684, 1,5583, 1,3204, 1,2533, 1,1732, 1,1114, 1,0864, 1,0233\text{\AA}$, відповідно, /3/) присутня в дуже невеликій кількості ще й додаткова невідома фаза. Крім того присутня аморфна фаза (13^0 - 20^0). З рис.2 видно, що справа від основного дифракційного рефлексу α -BN (лінія 13) є асиметрія, тобто там можуть бути основні лінії інших фаз.

Лінії вихідного α -BN знаходяться трохи при менших кутах 2θ , чим розрахункові значення /1/, тобто він має більші параметри елементарної комірки, чим теоретичні.

Крім того відомо, що по літературних даних у $\alpha, \beta, \gamma, \delta$ - модифікацій нітриду бору на рентгенограмах, знятих в випромінюванні $\text{Cu K}\alpha$, немає ліній в інтервалі кутів 3^0 - 40^0 , крім однієї основної лінії α -BN ($2\theta=26,74^0, d=3,331\text{\AA}$) /1/, тому всі інші лінії в інтервалі кутів 3^0 - 40^0 треба сприймати як належні до новоутворень.

2. Експеримент №8019 ч.

В результаті проведеного експерименту з вихідним α -BN (№8018біл) в гелії (№8019-ч) з якісних змін слід відмітити (рис. 3 і 4) зникнення аморфної фази (13^0 - 20^0) і появу на її місці невідомої кристалічної фази.

Лінії 6, 7, 8 при кутах $9,76^0, 20,16^0, 21,30^0$ (відповідно $d=4,4928, 4,4046, 4,1713\text{\AA}$) найбільш ймовірно, наряду з іншими (14, 16, 17, 17a) належать до ліній чаютоподібної фази нітриду бору («Ч»).

Інтенсивність ліній 3, 9, 11 ($12,28^0, 21,32^0, 24,80^0$) після експерименту помітно збільшилась. Тому дуже ймовірно відносити їх до системи одної і тієї ж фази.

Інтенсивність лінії 10 при куті $23,96^0$ ($d=3,7139\text{\AA}$) не змінилась. Це - невідома домішка (основна лінія на рентгенограмі знаходиться при кутах, близьких до 24^0), яка присутня в багатьох порошках вуглецевих і нітридборних фаз.

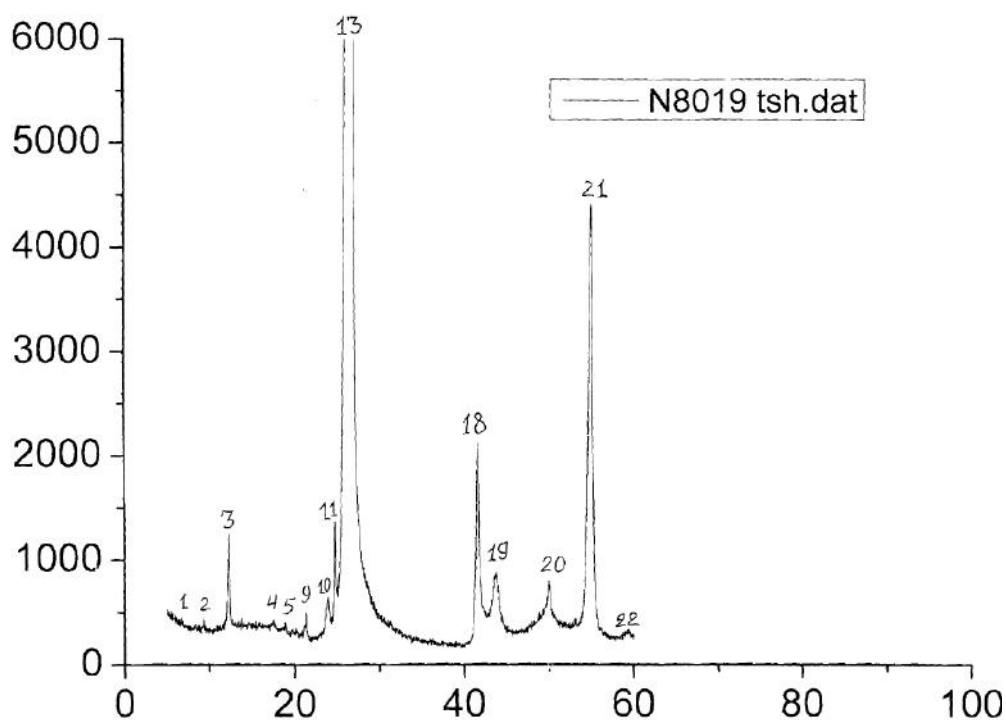


Рис.3. Рентгенограма експериментального зразка №8019ч, Си К α .

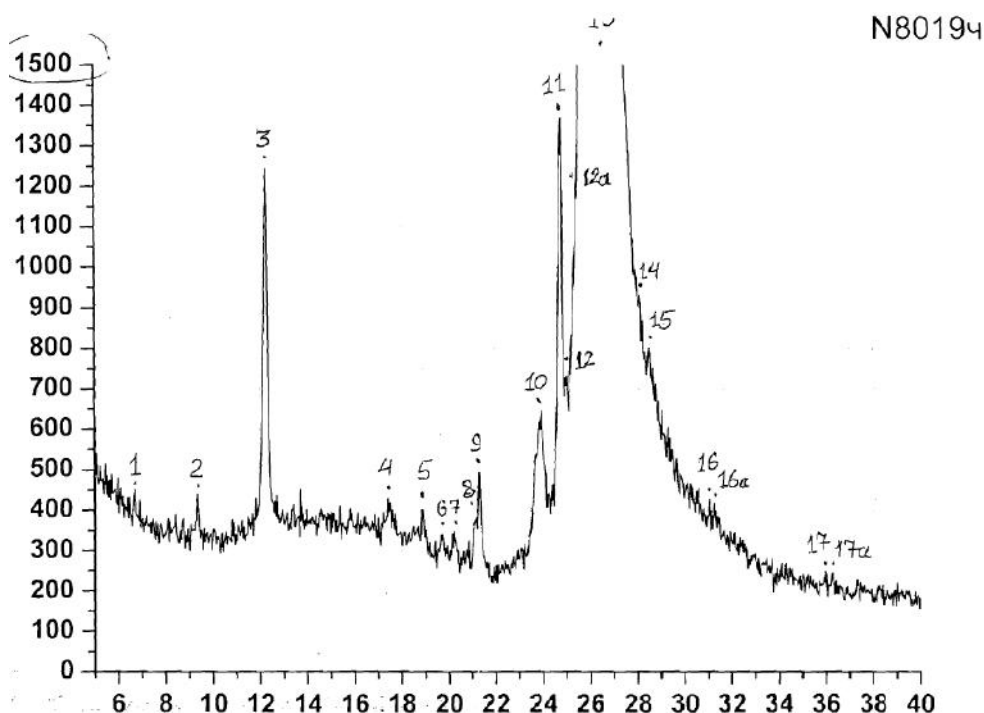


Рис.4.Рентгенограма експериментального зразка №8019ч (збільшення рисунку 3), Си К α .

Лінії основної фази (α -BN) в інтервалі кутів 26° - 60° практично не змінилися.

Це наглядно видно, якщо порівняти інтенсивність ліній 18, 19, 20, 21, 22 в одному і іншому випадках. Спостерігається деяке зменшення значень кутів 2θ .

В той же час, інтенсивність ліній 3, 9, 11 ($2\theta=12,28^{\circ}$, $21,32^{\circ}$, $24,80^{\circ}$, відповідно, $d=7,2075$, $4,1675$, $3,5900\text{\AA}$) на рентгенограмі експериментального зразка різко збільшилась.

Можна робити висновок, що ці лінії (і можливо, деякі інші, наприклад, лінія 5) належать до рентгенограми новоутвореної невідомої фази, утворення якої стимулюється лазерним нагріванням в середовищі гелію - газу з малорозмірними атомами ($1,96\text{\AA}$) порівняно з міжплощинними відстанями між боразотними «графеновими» шарами ($3,331\text{\AA}$). Цю фазу ми називаємо Ф1 – фуллеритоподібна фаза нітриду бору (фулбореніт). Вона легко утворюється при лазерному нагріванні графітоподібного нітриду бору різних виробників (Україна /4/, Туреччина), як в середовищі аргону /4/, так і в середовищі гелію. Параметр кубічної комірки фази Ф1 складає $a=12,639\text{\AA}$ /4/. Ця фаза по рентгеновським даним (наприклад, по положенню основної лінії в області кутів біля 12°) найбільше близька до вуглецевої фази – фуллериту C60, який теж найбільш легко утворюється порівняно з іншими фуллеритами.

Лінії 1 і 2, найбільш ймовірно, характеризують нітридборний аналог фуллериту /2/ - вищого фулбореніту $\Phi\Phi(2\theta < 10^\circ)$. Під дією лазерного нагрівання він практично не змінюється.

ВИСНОВКИ

Гелій активно впливає на утворення нових фаз при лазерній обробці графітоподібного нітриду бору.

ЛІТЕРАТУРА

1. Курдюмов А.В., Бритун В.Ф., Боримчук Н.И., Ярош В.В. Мартенситные и диффузионные превращения в углероде и нитриде бора при ударном сжатии. Киев, Куприянова О.О., 2005, 192с.
2. В. В. Покропивный, А. В. Покропивный, В. В. Скороход, А. В. Курдюмов. Фуллерены и фуллериты из BN – фулборены и фулборениты / Доповіді НАН України. – 1999. – № 4. – С. 112–117.
3. Недома И. Расшифровка рентгенограмм порошков / Справочник. – пер. с польск. – М.: Металлургия. – 1975. – 424 с.
4. Щур Д.В., Блощаневич О.М., Смоляр А.С., Бурхан А.О., Хоменко Б.С., Тітенко А.М. ФУЛЛЕРИТОПОДІБНИЙ НІТРИД БОРУ, ОТРИМАНІЙ ЛАЗЕРНИМ СИНТЕЗОМ. Матеріали У міжнародної наукової конференції «Матеріали для роботи в екстремальних умовах – 5» 03-05 грудня 2015р., м.Київ, НТУУ «КПІ» 2015р., с.322-324.